

HZ-HJ-SZ-0089

水质一二硫化碳的测定一二乙胺乙酸铜分光光度法

1 范围

本方法规定了测定工业废水中二硫化碳的二乙胺乙酸铜分光光度法。

本方法适用于橡胶、化纤、化工原料等行业排放废水中二硫化碳的测定。

当取样 100mL，采用 1cm 比色皿时，测定范围为 0.045~1.46mg/L。采用曝气法将二硫化碳从水样中分离出来，如水样中存在硫化氢，可用乙酸铅溶液吸收，除去干扰。

2 原理

在铜盐的存在下，二硫化碳与二乙胺作用，生成黄棕色的二乙氨基二硫代甲酸铜，在 430nm 波长处进行分光光度测定。

3 试剂

分析中使用的试剂均为符合国家标准的分析纯试剂蒸馏水或去离子水。

3.1 乙酸铅溶液：称取 10g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 90mL 蒸馏水中，加入 5mL 冰乙酸和 10mL 丙三醇，充分混匀。

3.2 吸收液：称取 10mg 乙酸铜 $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 置于 50mL 小烧杯中，加入少量无水乙醇，用玻璃棒搅拌，溶解后移入 500mL 容量瓶内，用无水乙醇洗烧杯 2~3 次，洗液全部并入容量瓶内，加入 5mL 三乙醇胺，充分混合，再加 2mL 二乙胺，用无水乙醇稀释至刻度，混匀后贮于冰箱 2~5℃ 保存。

3.3 二硫化碳标准贮备液：于 25mL 容量瓶中先加入约 10mL 无水乙醇，盖紧瓶塞，放在分析天平上准确称重，然后加入 1~2 滴分析纯二硫化碳，迅速塞紧，再次称重，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，按差减法计算二硫化碳标准储备液浓度，贮于冰箱 2~5℃ 保存。

3.4 二硫化碳标准液：将二硫化碳标准储备液，用无水乙醇稀释为 100μg/mL，临用前配制。

4 仪器

4.1 具塞比色管：10mL 带刻度，经校正。

4.2 气泡式吸收管：大型(高 225mm，支管阔 80mm)。

4.3 洗气瓶：250mL。

4.4 气体流量计。

4.5 抽气泵。

4.6 分光光度计：备 1cm 吸收池。

4.7 分析天平：感量 0.1mg。

4.8 玻璃量器：经校正的容量瓶，移液管。

5 试样制备

5.1 样品的采集：水样采集在 250mL 具磨口玻璃塞的小口玻璃瓶，采样时采样瓶浸于水面下 20~30cm，使水从底部上升溢出瓶口，塞上玻璃磨口瓶盖，不使瓶内有气泡，尽量防止曝气。

5.2 样品的保存：采集好的样品，应立即分析，如需暂缓分析，一定要放置 2~5℃ 保存，保存期二天。

6 操作步骤

6.1 曝气吸收装置

采用全玻璃器皿按图 1 程序安装，接口处用硅橡胶管连接使两头玻璃管相接触。

6.2 绘制校准曲线

在八套曝气吸收装置洗气瓶中，分别加入 100mL 蒸馏水和 100μg/mL 二硫化碳标准液：0，0.10，0.20，0.40，0.60，0.80，1.00，1.20mL，按图 1 将每套曝气洗气瓶串联二个活心气气体采样管，于第一个采样管内加入 10mL 乙酸铅溶液，第二个采样管内加入 10mL 二硫化碳吸

收液，连接抽气泵，气体流量计，控制流速 100mL/min 左右，曝气 1h。将吸收液移入 10mL 具塞比色管，定容。

6.3 分光光度测定

在波长 430nm 下，以无水乙醇作参比，用 1cm 吸收池，测定具塞比色管内吸收液的吸光度。

将 6.2 系列标准液测得的吸光度 A_s 值扣除试剂空白(零浓度)的吸光度 A_b 值，得到校正吸光度 A_r ，以校正吸光度 A_r 为纵坐标，以二硫化碳含量 $W(i\text{ g})$ 为横坐标绘制校准曲线，或用最小二乘法计算回归方程，浓度“零”，不参与计算，得

$$A_r = bW + a \dots\dots\dots (1)$$

6.4 试样测定

取 100mL 水样于洗气瓶中，(如水样中二硫化碳含量较高，可用蒸馏水稀释)按图 1 连接好曝气吸收装置，以下步骤按 6.1 条和 6.2 条进行分光光度测定。

6.5 空白试验

取 100 蒸馏水于洗气瓶中，连接好曝气装置，按 6.1 条 6.2 条进行处理。

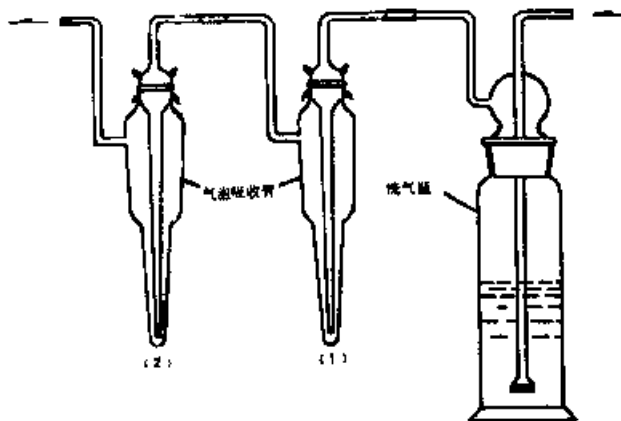


图 1 曝气吸收装置

7 结果计算

7.1 计算公式

样品中二硫化碳的吸光度 A_r 用式(2)计算。

$$A_r = A_s - A_b \dots\dots\dots (2)$$

式中： A_s —样品吸光度；

A_b —空白吸光度。

样品中二硫化碳含量 $W(i\text{ g})$ 可从曲线查得，也可按式(3)计算。

$$W = \frac{(A_r - a)}{b} \dots\dots\dots (3)$$

样品中二硫化碳浓度 $C(\text{mg/L})$ 用式(4)计算。

$$C = W/V_r \dots\dots\dots (4)$$

式中： V_r —样品体积，mL。

8 精密度和准确度

经五个实验室分析 135.2mg/L 二硫化碳统一样品，重复性标准偏差为 3.32 mg/L，重复性

变异系数为 2.44%，再现性标准偏差为 3.28 mg/L，再现性变异系数为 2.41%，加标回收率 92%~103%。

9 参考文献

GB/T 15504-1995。